

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-077027

(43)Date of publication of application : 18.03.1994

(51)Int.Cl.

H01F 1/08
B22F 3/00
B22F 3/08
C22C 33/02
C22C 38/00
H01F 1/053

(21)Application number : 04-341620

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO LTD
MASHITA SHIGERU

(22)Date of filing : 27.11.1992

(72)Inventor : HIROZAWA SATORU
IKEGAMI TAKASHI
MAKITA AKIRA
MASHITA SHIGERU

(30)Priority

Priority number : 04191726 Priority date : 24.06.1992 Priority country : JP

(54) RARE EARTH ELEMENT-Fe-N BASE PERMANENT MAGNET AND MANUFACTURE THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a rare earth element-Fe-N base permanent magnet in high density and performances by a method wherein the nitrogen intruded compound particles in Th₂ type crystalline structure represented by a specific structural formula are pressed-powder-molded or impact compressed while impressing a pulse magnetic field after performing the filling up step.

CONSTITUTION: This rare earth element-Fe-N base permanent magnet assuming Th₂Zn₁₇ type chrystalline structured phase as a main phase is represented by a structural formula of T₁₀₀-X-YR_xN_y (where T: Fe or a part of Fe substituted by one or two kinds of Co or Cr not exceeding 20%, R: contains one or two of all the rare earth elements including Y and Sm at least exceeding 50% of R). Furthermore, X, Y representing atomic % satisfy the inequalities of $9 \times 12, 10 \leq y \leq 16$ in the structural formula also having the apparent density exceeding 90% of the true density. In such a constitution, the title rare earth element-Fe-N base permanent magnet in high density and performances neither not necessarily resorting to a self-sintering step nor requiring a binder can be obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 09.03.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3108232

[Date of registration] 08.09.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-77027

(43)公開日 平成6年(1994)3月18日

(51)Int. CL ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/08		B		
B 2 2 F 3/00		F		
		3/08		
C 2 2 C 33/02		J		

H 0 1 F 1/ 04

A

審査請求 未請求 請求項の数4(全 6 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平4-341620

(22)出願日 平成4年(1992)11月27日

(31)優先権主張番号 特願平4-191726

(32)優先日 平4(1992)6月24日

(33)優先権主張国 日本 (J P)

(71)出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(71)出願人 392020820

真下 茂

熊本県熊本市高平3丁目21-45

(72)発明者 広沢 哲

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72)発明者 池上 尚

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74)代理人 弁理士 押田 良久

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 希土類・鉄・窒素系永久磁石及びその製造方法

(57)【要約】

【目的】 窒素を格子間に含有するTh₂Zn₁₇型化合物粉末を用いて磁石化するに際し、自己焼結によらず、バインダーを必ずしも必要としない高密度、高性能希土類・鉄・窒素系永久磁石の提供。

【構成】 特定組成式を満足する組成でTh₂Zn₁₇型結晶構造を有する窒素侵入型T-R-N化合物粉末を、圧粉成型して理論真密度の40%~90%にし、圧粉体をカプセル内に封入してあるいはカプセル内に充填してパルス的に磁界を印加することにより粉末を配向しながら鉄換算のカプセル駆動圧力で10GPa~19GPaにて衝撃圧縮することにより、化合物の分解脱窒なしに固化、バルク化して高密度、高性能希土類・鉄・窒素系永久磁石を得る。

(2)

特開平6-77027

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型結晶構造を有する相を主相とし、組成式を $\text{T}_{100-x}\text{R}_x\text{N}$ 、($\text{T}:\text{Fe}$ 又は Fe の1部を20%以下の Co または Cr の1種または2種にて置換、 $\text{R}:\text{Y}$ を含む全ての希土類元素の1種または2種以上を含有しかつ Sm を少なくとも R の50%以上含有)と表し、 x, y が原子%で表した $9 \leq x \leq 12$ 、 $10 \leq y \leq 16$ を満足する組成からなり、真密度の90%以上のみかけ密度を有することを特徴とする希土類・鉄・窒素系永久磁石。

【請求項2】 組成式を $\text{T}_{100-x}\text{R}_x\text{N}$ 、($\text{T}:\text{Fe}$ 又は Fe の1部を20%以下の Co または Cr の1種または2種にて置換、 $\text{R}:\text{Y}$ を含む全ての希土類元素の1種または2種以上を含有しかつ Sm を少なくとも R の50%以上含有)と表し、 x, y が原子%で表した $9 \leq x \leq 12$ 、 $10 \leq y \leq 16$ を満足する組成からなり、 $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型結晶構造を有する窒素侵入型 $\text{T}-\text{R}-\text{N}$ 化合物粉末を、圧粉成型して圧粉体のみかけ密度を真密度の40%~90%にした後、前記圧粉体をカプセル内に充填して鉄換算のカプセル駆動圧力で10GPa~19GPaの範囲で衝撃圧縮して、真密度の90%以上のみかけ密度を有する磁石体にするを特徴とする希土類・鉄・窒素系永久磁石の製造方法。

【請求項3】 圧粉成形を磁界中で行なうことにより異方向性を付与したことを特徴とする請求項2記載の希土類・鉄・窒素系永久磁石の製造方法。

【請求項4】 組成式を $\text{T}_{100-x}\text{R}_x\text{N}$ 、($\text{T}:\text{Fe}$ 又は Fe の1部を20%以下の Co または Cr の1種または2種にて置換、 $\text{R}:\text{Y}$ を含む全ての希土類元素の1種または2種以上を含有しかつ Sm を少なくとも R の50%以上含有)と表し、 x, y が原子%で表した $9 \leq x \leq 12$ 、 $10 \leq y \leq 16$ を満足する組成からなり、 $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型結晶構造を有する窒素侵入型 $\text{T}-\text{R}-\text{N}$ 化合物粉末を、真密度の40%~70%となるようにカプセル内に充填して、パルス的に磁界を印加することにより粉末を配向しながら、鉄換算のカプセル駆動圧力で10GPa~19GPaの範囲で衝撃圧縮して、真密度の90%以上のみかけ密度を有する磁石体にするを特徴とする希土類・鉄・窒素系永久磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、 $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型結晶構造を有する窒素侵入型化合物からなる希土類・鉄・窒素系永久磁石に係り、特定組成の該化合物粉末を圧粉成型後、さらに衝撃圧縮して分解や脱窒を防止しながら高密度の磁石体を得る希土類・鉄・窒素系永久磁石及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、高性能の希土類磁石としては $\text{Sm}-\text{Co}$ 系磁石、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁石が知られており、

2

前者は高い熱安定性と耐食性を有し、また後者は極めて高い磁気特性と原料の低コストにより広く使われている。今日、さらに高い熱安定性と安価な原料コスト、かつ高い磁気特性を有する希土類磁石が、電装用や各種FA用のアクチュエーター、あるいは回転機用の磁石として要望されている。

【0003】最近、 $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型結晶構造を有する鉄・希土類化合物を微粉末として、 N_2 ガスまたは NH_3 と H_2 の混合ガス等で400℃~600℃の比較的低温にて反応させると、 N 原子が $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型化合物の格子間位置に侵入して、キュリー温度や磁気異方性の顕著な増加を招来することが報告され、かかる材料が前記要望に沿う新磁石材料として、その実用化の期待が高まってきた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】前記窒素を格子間に含有する $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型化合物（以下2-17系 $\text{R}-\text{Fe}-\text{N}$ 化合物という）は、粉末状態にて得られ、常圧下約600℃以上の温度では αFe と希土類窒化物に分解するため、自己焼結により焼結してバルク状磁石にすることは通常の工業的方法では不可能である。そのため、樹脂や低融点金属をバインダーとしたボンド磁石として用いることが検討されたが、2-17系 $\text{R}-\text{Fe}-\text{N}$ 化合物粉末の混合比率を高めることは金型の寿命等を考慮すると、体積比にて約80%以下と限度があり、2-17系 $\text{R}-\text{Fe}-\text{N}$ 化合物はその磁気的性質を十分に発揮できない問題があり、その磁気特性面では従来の $\text{Sm}-\text{Co}$ 系、 $\text{Nd}-\text{Fe}-\text{B}$ 系磁石などと競合できず、またバインダーの耐熱性の低いことより高い磁気特性及び熱安定性を十分に発揮できない欠点があった。

【0005】この発明は、2-17系 $\text{R}-\text{Fe}-\text{N}$ 化合物粉末を用いて磁石化するに際し、自己焼結によらず、またバインダーを必ずしも必要としない高密度の高性能希土類・鉄・窒素系永久磁石及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】発明者らは、特定組成の2-17系 $\text{R}-\text{Fe}-\text{N}$ 化合物粉末を予め真密度の40%以上90%未満の密度を有する圧粉成型体にした後、前記成型体に鉄換算のカプセル駆動圧力で10GPa~19GPaの範囲の衝撃圧力にて衝撃圧縮し、衝撃圧縮の持つ超高圧剪断性、活性化作用、短時間現象などの特徴を活かして衝撃圧縮後の残留温度を2-17系 $\text{R}-\text{Fe}-\text{N}$ 化合物の分解温度（常圧で約600℃）以下に抑制することにより、分解や脱窒を防ぎながら、2-17系 $\text{R}-\text{Fe}-\text{N}$ 化合物からなる真密度の90%以上のみかけ密度を有する金属結合により固化したバルク状磁石を容易に得られることを知見し、この発明を完成した。

【0007】この発明は、 $\text{Th}_x\text{Zn}_{1-x}$ 型結晶構造を有する相を主相とし、組成式を $\text{T}_{100-x}\text{R}_x\text{N}$ 、($\text{T}:\text{F}$

50

(3)

特開平6-77027

3

e又はFeの1部を20%以下のCoまたはCrの1種または2種にて置換、R:Yを含む全ての希土類元素の1種または2種以上を含有しかつSmを少なくともRの50%以上含有)と表し、x,yが原子%で表した $9 \leq x \leq 12$ 、 $10 \leq y \leq 16$ を満足する組成からなり、真密度の90%以上のみかけ密度を有することを特徴とする希土類・鉄・窒素系永久磁石である。

【0008】また、この発明は、組成式を $T_{1-x-y}R_xN_y$ (T:Fe又はFeの1部を20%以下のCoまたはCrの1種または2種にて置換、R:Yを含む全ての希土類元素の1種または2種以上を含有しかつSmを少なくともRの50%以上含有)と表し、x,yが原子%で表した $9 \leq x \leq 12$ 、 $10 \leq y \leq 16$ を満足する組成からなり、 Th_2Zn_{17} 型結晶構造を有する窒素侵入型T-R-N化合物粉末を、圧粉成型して圧粉体のみかけ密度を真密度の40%~90%にした後、前記圧粉体をカプセル内に充填して鉄換算のカプセル駆動圧力で10GPa~19GPaの範囲にて衝撃圧縮して、真密度の90%以上のみかけ密度を有する金属結合により固化したバルク磁石体にすることを特徴とする希土類・鉄・窒素系永久磁石の製造方法である。

【0009】また、この発明は、上記構成において、圧粉成型を磁界中で行うことにより異方性を付与したことを特徴とする希土類・鉄・窒素系永久磁石の製造方法である。

【0010】さらに、この発明は、上記の組成の Th_2Zn_{17} 型結晶構造を有する窒素侵入型T-R-N化合物粉末を充填率が40%~70%の範囲でカプセル内に充填し、パルス的に磁界を印加することにより粉末を配向しながら、鉄換算のカプセル駆動圧力で10GPa~19GPaの範囲で衝撃圧縮して、真密度の90%以上のみかけ密度を有する磁石体にすることを特徴とする希土類・鉄・窒素系永久磁石の製造方法である。

【0011】組成の限定理由

この発明において、窒化前後の合金粉末が、 Th_2Zn_{17} 型 R_2T_{17} 化合物であることが必須であり、これを満足するためにはRは9原子%~12原子%でなければならない。R(希土類金属)は9原子%未満では αFe が析出し、また12原子%を超えると RFe_3 などが生成混合して、磁気特性を劣化させるので好ましくない。RはYを含む全ての希土類元素の1種または2種以上を含有するが、SmをRの50%以上含有することは保磁力を確保するために重要であり、SmがRの50%未満では窒化後の R_2T_{17} 化合物の磁気異方性が低下し、保磁力の発現が困難となるので好ましくない。

【0012】Tは、Feを主成分とする遷移金属であるが、原料コスト及び窒化後の磁気特性、特に結晶磁気異方性の点からFeまたはFeの1部を20%以下のCoまたはCrで置換したものに限定する。CoまたはCrは2-17型結晶構造を安定化し、更に耐食性の向上に

4

好ましいが、20%を超えたCoまたはCrの置換は原料コストの上昇と共に磁化の大きさが低下するので好ましくない。

【0013】Nはこの発明磁石の必須元素であるが、2-17型 R_2T_{17} N化合物の磁化及び磁気異方性、更にキュリー温度は窒素濃度に顕著に依存し、Nが10原子%未満では十分な磁気異方性が得られず、保磁力の発現が困難であり、また16原子%を超えると磁気異方性が再び減少し、保磁力が低下するので好ましくない。Nの最も好ましい範囲は12.8原子%~13.8原子%である。

【0014】製造条件の限定理由

この発明において、 Th_2Zn_{17} 型結晶構造を有する窒素侵入型T-R-N化合物は、T(遷移金属)とR(希土類金属)とを真空溶解炉にて溶製する方法、あるいはTと R_2O_3 及びCaなどの混合物を真空中またはAr雰囲気中で加熱して還元拡散法にて得られた粉末を N_2 ガスまたは NH_3 ガス、あるいは NH_3 と H_2 の混合ガス中で300℃~600℃に10分~6時間反応させることにより得られる。

【0015】また、この発明の衝撃圧縮法によるバルク固化工程では、衝撃波の持つ超高压剪断性、活性化作用は、粉体の金属的結合による固化作用と組織の微細化作用を誘起し、バルク固化と共に高保磁力化を可能とすると共に、体積圧縮と衝撃波の非線型現象に基づくエントロピーの増加による温度上昇を伴うが、この温度上昇は極めて短時間(数 μsec 以下)に消失し、分解や脱窒は起こらない。しかし、圧縮した後も残留温度が残る。この残留温度が分解温度(常圧で約600℃)以上になると、 Th_2Zn_{17} 型T-R-N化合物の分解が開始され、 αFe の生成を招来して、磁気特性を劣化するので好ましくない。また、粉体の温度上昇の抑制を容易にするためには粉体の充填密度を高めることが有効であり、衝撃圧縮する前に粉体を予め圧粉成型して圧粉体とし、圧粉体の密度をできるだけ高くすることが好ましいが、通常のプレス及び成型圧1~8Ton/cm²の加圧力により、真密度の40~90%のみかけ密度を有する圧粉体が得られる。さらに、圧粉成型を磁場中で行うことにより、粉体の磁化容易軸を一方に揃えることができ、得られた圧粉体を衝撃圧縮により、固化、バルク化しても、配向性は損なわれず、磁氣的に一軸性の異方性をもつバルク状磁石体を得られる。また、衝撃圧縮時に同期したパルス磁界を印加して粉末を配向させ、異方性を得ることができる。しかし、この方法では粉末の充填率を高めすぎると、粉末が拘束されて配向しないため、粉末の充填率の上限値は60%に限定する必要がある。

【0016】一般に固体中に衝撃圧を生ずる衝撃波を発生する方法としては衝撃法と爆薬直接法があり、前者方法には衝撃板を加速する方法に銃方式と爆薬方法が考えられる。衝撃波の伝播によって、固体内に発生する圧

(4)

特開平6-77027

5

力は前者方法の場合は衝突板と駆動板、カプセルおよび試料の衝撃インピーダンス（初期密度×衝撃波速度）と衝突速度に依存する。また、爆薬直接法は爆薬を駆動板、カプセルや試料に直接接触させ、爆轟波を直接伝えるもので、駆動圧力は爆薬の性能、主に爆轟速度と密度とそれに接する駆動板、カプセル及び試料の衝撃インピーダンスに依存する。ここで、衝撃インピーダンスは物質のユゴニオ（衝撃波速度と粒子速度の関係）と呼ばれる物質固有の状態量の関係によって決まる。同じ衝突板と衝突速度あるいは爆薬であっても試料内に発生する圧力は試料の衝撃インピーダンスによって大きく異なり、特に粉体試料では空隙も含んだ試料全体ではバルク試料に比べて衝撃インピーダンスが格段に小さくなり、従って、発生する圧力も空隙率に従って小さくなり、反面、体積変化が大きくなり、従って温度上昇は大きくなる。さらに、ほとんどの粉体試料ではユゴニオが測定されていないし、真密度のユゴニオから粉体のユゴニオを計算し、粉体試料中の圧力を求めることができるが温度効果などがあるので、誤差は大となる。従って、試料中の圧力で衝撃波の強さを表することは適当でない。試料の前面にあり、衝突板と直接衝突したり、爆薬と直接接するカプセルに発生する圧力で試料を圧縮する衝撃波の強さ（駆動圧力）を表すことにする。

【0017】カプセルの材質は衝撃により破損して試料が飛散しないように適当に硬く、適当に粘り強い軟鋼や、ステンレス、黄銅等が用いられる。この発明においては駆動圧力は大きくないので、黄銅でもよいが、工業的に安価な軟鋼（鉄）が最も一般的であるので、鉄のカプセル中に発生する圧力を駆動圧力の基準として用いることにして、鉄換算の駆動圧力とする。他の材質を用いる場合は、その材料のユゴニオと鉄のユゴニオが測定されているので、常に鉄換算の駆動圧力からその材料を使用する場合の衝撃条件を求めることができる。一般に、衝撃圧縮を用いた工業生産としては銃方式より爆薬を用いた方法が有利であるが、この発明の如く、比較的弱い衝撃波を必要とするときは、使用する爆薬には直接法でも、また衝突法でも、密度が $1 \sim 1.5 \text{ g/cm}^3$ 程度、爆速が 5000 km/s 程度以下の比較的威力の弱い爆薬、例えばダイナマイト、スラリー、アンボ、パペックスなどを使用することができる。

【0018】この発明において、衝撃圧縮時の圧粉体の温度上昇を抑制するために衝撃圧力を特定圧力に限定する必要がある。この発明の2-17型R-T-N化合物粉末に対して、通常の方法で得られた密度40%~90%の圧粉体では鉄換算のカプセル駆動圧力で19 GPa未満にすることは、衝撃に伴う温度上昇による前記化合物の分解を抑制するために必要であり、衝撃圧力を低くし過ぎると十分に固化せず、また90%以上の密度を有するバルク状磁石とならないので、鉄換算のカプセル駆動圧力の下限值で10 GPa未満は好ましくない。よっ

6

て、鉄換算のカプセル駆動圧力で10 GPa~19 GPaに限定する。

【0019】この発明において、衝撃圧縮法は衝撃波が原料粉末に伝播することにより、高効率で粉末の固化成を行う方法であり、例えば出発原料粉末の充填されているカプセルの外側に所要量の爆薬を配置し、この爆薬の爆発により発生する爆轟波を直接平面状または円筒状のカプセルを通して出発原料へ伝播させる直接法、または出発原料の充填されているカプセルを反応容器内に設置し、カプセルの一端に圧縮ガス若しくは火薬類の爆発や燃焼により発生する爆轟波や燃焼ガスによって金屑片や円筒管を高速に加速して、平面試料容器や円筒容器に衝突させ、その時に発生する衝撃波と出発原料に伝播させる衝突法があるが、爆薬、火薬の性能や量、飛翔板、駆動板の材質および寸法を鉄換算のカプセル駆動圧力で10 GPa~19 GPaの範囲の衝撃圧縮になるように適宜、設備に適合させて選定する必要がある。

【0020】

【作用】この発明は、特定組成式を満足する組成で Th , Zn , 型結晶構造を有する窒素侵入型 T-R-N 化合物粉末を、圧粉成型して圧粉体のみかけ密度を真密度の40%~90%にした後、前記圧粉体をカプセル内に封入し、あるいは粉末圧縮成型することなく、直接充填率が40~70%となるようにカプセル内に充填し、磁界をパルス的に印加しながら鉄換算のカプセル駆動圧力で10 GPa~19 GPaの範囲で衝撃圧縮することの特徴とするもので、衝撃圧縮の超高压、剪断性、活性化作用により、粉体は金属的結合による固化と組織の微細化、バルク固化と共に高保磁力化を可能とすると共に、粉体を自己焼結によらず圧密化することができ、短時間であるので分解や脱窒を防止、またバインダーを必ずしも必要としない高密度の高性能希土類・鉄・窒素系永久磁石を得ることができる。

【0021】

【実施例】

実施例

図1に示す如く、平均粒径 $4 \sim 5 \mu\text{m}$ で表1に示す4種の組成の粉末3を、約10 kOeの磁界中で 1.5 ton/cm^2 の圧力で圧粉成形し、配向した圧粉体を得た後、黄銅製カプセル1に入れて黄銅製ブラグ2で固定した。このカプセル1を反応容器内に固定して、アルミニウム製の3 mm厚の板4を張り付けた飛翔体5を火薬の燃焼ガスにより加速してカプセル1に衝突させて衝撃波を発生させた。試料は、モーメントムトラップ法により回収した。黄銅製カプセルに加わった衝撃波の第1波の駆動圧力は、衝突板、カプセル試料のユゴニオ曲線と、衝突速度を用いてインピーダンス法を用いて表1に示すとおり算出された。また、表1には同じアルミニウム製の衝突板で同じ速度で衝突させた時に鉄製のカプセルに加わった第1波の駆動圧力で表示した。衝撃圧縮後、カ

(5)

特開平6-77027

7
 プセル1から固化した試料3を取り出し、70kOeの
 パルス磁界で若磁し、VSMで測定した結果を表1に示
 す。また、密度を測定して表1に示す。図2に実施例2
 の圧粉体の配向方向に平行とそれに垂直方向の減磁曲線
 を示す（点線は圧粉体。衝撃圧縮に伴い、密度が向上し
 ただけでなく、保磁力も増大した。）。また、X線回折
 の結果、固化した磁石は全て $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型の結晶構造
 を有していることが確認された。図3はX線回折結果を
 示す。

【0022】比較例1

10
 実施例における表1のNo. 1組成を示す平均粒径4 μ
 mの粉末を実施例と同一条件にて圧粉成型体を得た後、
 飛翔板の材質を2mm厚のAl板とし、カプセルおよび
 ブラッグの材質を黄銅とし飛翔速度を1,557km/s
 とし、カプセルに19.5GPaの圧力を生じた以外は
 実施例と同一条件にて作製し、実施例と同一条件にて磁
 気特性、密度を測定し、その結果を表1に示す。比較例
 1の試料は、X線回折の結果、衝撃圧縮後はSmNと多
 量の αFe が生成していることが認められ、出発原料の
 Sm-Fe-N 化合物が分解していることが分かった。 20

【0023】比較例2

比較例1と同一条件にて圧粉成型体を得た後、飛翔板と
 して2mm厚のCu板、カプセルおよびブラッグを鉄と
 し、飛翔速度を1,435km/sとすることにより、
 カプセルに29.9GPaの駆動圧力が加わった場合以
 外は実施例と同一条件にて作製し、実施例と同一条件に
 て磁気特性、密度を測定し、その結果を表1に示す。比
 較例2の試料は、X線回折の結果、衝撃圧縮後はSmN
 と多量の αFe が生成していることが認められ、出発原
 料の Sm-Fe-N 化合物が分解していることが分かった。 30

【0024】

【表1】

No.	試料の材質	飛翔板の材質	飛翔速度 (km/s)	カプセルに加わった 駆動圧力 (GPa)	カプセル内の 駆動圧力 (kPa)	磁気特性			密度		固化した 組成の結晶構造
						4-10kOe Br(kG)	10-20kOe Br(kG)	20-30kOe Br(kG)	焼結値 (g/cm ³)	相対値	
1	黄銅	Al	1,557	19.5	12.7	12.1	10.7	2.5	7.13	85%	$\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$
2	黄銅	Al	1,557	19.5	15.4	12.3	11.2	2.6	7.30	86%	$\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$
3	黄銅	Al	1,557	19.5	15.4	11.8	10.8	2.3	7.28	93%	$\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$
4	黄銅	Al	1,557	19.5	15.4	11.6	10.7	2.6	7.18	93%	$\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$
5	黄銅	Al	1,557	19.5	15.4	11.7	10.7	2.4	7.23	93%	$\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$
1	鉄	鉄	1,435	29.9	19.1	11.2	9.0	0.8	7.28	97%	$\alpha\text{Fe}(\text{bcc})$
2	鉄	鉄	1,435	29.9	29.9	11.8	7.0	0.2	7.28	97%	$\alpha\text{Fe}(\text{bcc})$

【0025】

【発明の効果】この発明は、特定組成の $\text{Th}_2\text{Zn}_{17}$ 型
 40 結晶構造を有する窒素侵入型化合物粉末を圧粉成型、あ
 るいは充填後にパルス磁界を印加しながら後、衝撃圧縮
 することにより、バインダーを必ずしも必要とせず、自
 己焼結によらずに分解、脱窒を防ぎ、高密度の高性能の
 希土類・鉄・窒素系永久磁石を得ることを可能にする。

【図面の簡単な説明】

【図1】衝撃圧縮法の一例を示す説明図である。

【図2】減磁曲線を示すグラフであり、圧粉体の配向方
 向に平行方向に測定した場合と配向方向に垂直方向に測
 定した場合の減磁曲線をそれぞれ示す。点線は充填密度
 50 60%の圧粉体、実線は衝撃圧縮したこの発明の磁石

(6)

特開平6-77027

9

10

(実施例2)の減磁曲線である。

【図3】この発明による磁石(実施例1)の結晶構造が $\text{Th}_2\text{Zn}_{11}$ 型化合物であることを示すX線回折像である。

【符号の説明】

* 1 カプセル

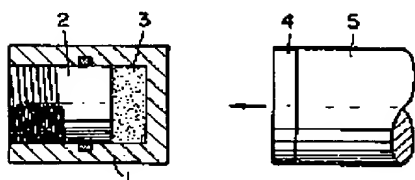
2 プラグ

3 試料

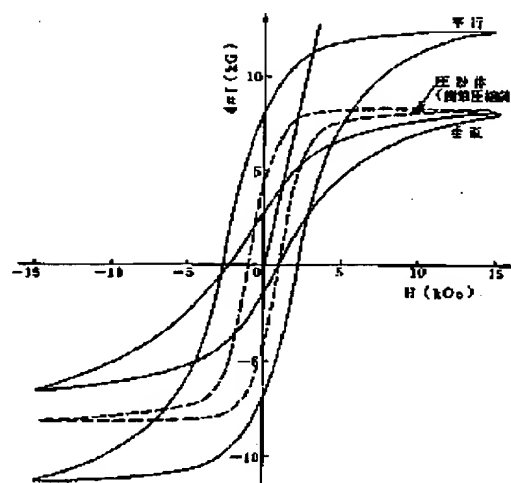
4 衝突板

* 5 飛翔体

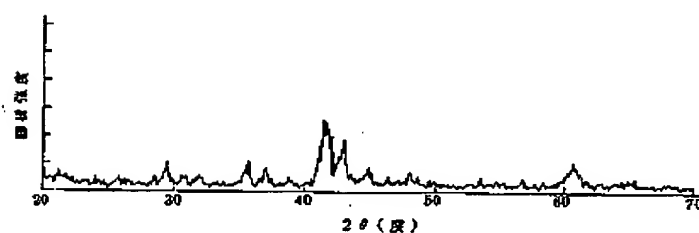
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.³

C 22 C 38/00

H 01 F 1/053

識別記号 庁内整理番号

3 0 3 D

F I

技術表示箇所

(72)発明者 橋田 顕

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住
友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72)発明者 真下 茂

熊本県熊本市高平3丁目21-45